第 51 卷 第 4 期 金属学报 Vol.51 No.4
2015 年 4 月 第407-416页 ACTA METALLURGICA SINICA Apr. 2015 pp.407-416

700 MPa级高塑低碳低合金钢的多相组织调控及性能*

周文浩 谢振家 郭 晖 尚成嘉

(北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘 要 通过临界退火、临界回火以及回火的多步热处理方式, 研究了低碳低合金钢的组织演变与力学性能. 结果表明, 临界退火后的组织为板条状的临界铁素体及贝氏体/马氏体的双相组织. 经临界回火后, 为临界铁素体、回火贝氏体/马氏体以及残余奥氏体的多相组织. 残余奥氏体呈粒状和条状, 分布在铁素体/贝氏体(马氏体)相界面及贝氏体/马氏体板条之间, 含量高达29%, 并在回火后保持稳定, 主要通过C, Mn, Ni和Cu在逆转奥氏体中的富集来稳定. 临界退火及回火过程中, NbC在铁素体及贝氏体/马氏体中析出, 呈球状、椭圆形或不规则形状, 平均尺寸为10 nm; 富Cu的析出相在临界回火及回火过程中形成, 呈球状分布于铁素体及残余奥氏体中, 尺寸在10~30 nm 之间. 通过残余奥氏体的应变诱导塑性(TRIP)效应及纳米析出相的析出强化作用, 实验钢具有优异的力学性能: 屈服强度高于700 MPa, 抗拉强度高于900 MPa, 均匀延伸率高于20%, 总延伸率高于30%.

关键词 高性能, 临界热处理, 多相组织, 残余奥氏体, 纳米析出相

中图法分类号 TG142.1 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)04-0407-10

REGULATION OF MULTI-PHASE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES IN A 700 MPa GRADE LOW CARBON LOW ALLOY STEEL WITH GOOD DUCTILITY

ZHOU Wenhao, XIE Zhenjia, GUO Hui, SHANG Chengjia

School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: SHANG Chengjia, professor, Tel: (010)62332428, E-mail: cjshang@ustb.edu.cn

Supported by National Basic Research Program of China (No.2010CB630801)

Manuscript received 2014-10-23, in revised form 2015-01-26

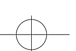
ABSTRACT Low carbon and low alloy steels require good combination of strength and ductility to ensure safety and stability of structures. Heat treatment in intercritical area can not only produce multi-phase microstructure, but also lead to the redistribution of alloying elements in different phases. Multi-step intercritical heat treatment is favorable to obtain retained austenite that is stabilized by repeated enrichment of alloying elements in reversed austenite and nanometer-sized precipitate that are primarily formed during tempering. Excellent mechanical properties are contributed by transformation-induced-plasticity effect of retained austenite and precipitation hardening effect of nanometer-size precipitates. In this work, the microstructural evolution and relative mechanical properties were investigated in a low carbon low alloy steel processed by a three-step heat treatment, namely, intercritical annealing, intercritical tempering and tempering. The microstructure was a typical dual-phase microstructure consisting of intercritical ferrite and bainite/martensite after intercritical annealing, and primarily comprised of intercritical ferrite, tempered bainite/martensite and retained austenite after intercritical tempering. Retained austenite with volume fraction of 29% distributed at the ferrite/bainite (martensite) boundaries and betweent bainitic/martensitic

*国家重点基础研究发展计划资助项目 2010CB630801

收到初稿日期: 2014-10-23, 收到修改稿日期: 2015-01-26

作者简介: 周文浩, 男, 1987年生, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00576



laths. Retained austenite was stabilized by enrichment of C, Mn, Ni and Cu in reversed austenite during the reversion transformation process. NbC precipitates with average size of 10 nm was formed in ferrite matrix and bainite/martensite, while Cu-containing particles in size range of 10~30 nm precipitated in ferrite and retained austenite during intercritical tempering and tempering process. The morphology of NbC precipitates was spherical, elliptical and irregular, and copper precipitates were spherical. With the combination of transformation-induced-plasticity (TRIP) effect of retained austenite and precipitation hardening, the steel possessed outstanding mechanical properties: yield strength > 700 MPa, tensile strength > 900 MPa, uniform elongation > 20%, and total elongation > 30%.

KEY WORDS high performance, intercritical heat treatment, multi-phase microstructure, retained austenite, nanometer-sized precipitate

低合金钢广泛应用于建筑设施和能源工业等领域. 为了保证结构的可靠性和安全性, 需要具备高强度和高韧塑性. 随着工业化的快速发展以及环保意识的不断提高, 对工程结构及装备轻量化的要求越来越高, 因而迫切要求钢材提高强度. 单一的强化机制和方法已为人们所熟知, 通过热机械加工及热处理方式, 钢材的强度可以轻松达到 10^9 Pa 级. 对钢铁材料而言, 这种单纯的强度提升通常会导致韧塑性的降低, 只有在变形及断裂过程中不断吸收能量的同时, 提高强度才有意义[1].

残余奥氏体在变形过程中会激发相变诱导塑性(TRIP)效应而转变成马氏体, 吸收变形能量, 延迟颈缩现象的发生, 从而达到同时提高强度和塑性的目的. 因此, 在钢中引入残余奥氏体是获得良好强塑性匹配的有效途径. 如何获得足量的和稳定的残余奥氏体也是近年来的研究热点. 一种方法是改变钢材的化学成分设计, 通过提高奥氏体稳定化元素的含量来获得奥氏体组织, 例如高Ni的奥氏体不锈钢[2,3]以及高Mn的孪晶诱导塑性(TWIP)钢[4,5]. 由于过高的合金元素含量, 该方法在提高钢材成本的同时也给冶炼过程带来了困难. 另一种方法是通过热处理来获得稳定的残余奥氏体, 常用的方法是TRIP[6,7]和淬火配分(Q&P)[8,9]处理. 在此类热处理过程中, C原子从贝氏体或马氏体中扩散至未转变的奥氏体中富集, 使得未转变的奥氏体的稳定性大幅度提高, 从而得到室温下稳定的残余奥氏体. 由于残余奥氏体是靠C原子的富集而获得, 这类钢的C含量通常高于0.2%(质量分数). 这对于结构材料来说是不可取的, 因为高的C含量会大大降低钢的焊接性能. 因此, 在低C低合金的前提下, 通过获得残余奥氏体来提升性能, 同时兼顾了良好的焊接性能和低的成本, 这对发展高强钢具有重大的意义.

在前驱体组织为板条马氏体或贝氏体的钢中, 当温度加热至 $\alpha+\gamma$ 两相区时, 逆转变奥氏体会在板条间形核并长大. 该奥氏体呈针状或板条状并富集了合金元素, 随着两相区等温温度的升高及等温时间的延长, 奥氏体会向粒状转变, 而且富集的合金元素会逐渐减少[10]. 两相区温度越低时, 奥氏体内C含量越高, 奥氏体越稳定. 因此, 可以通过合理的控制两相区的温度和时间来获得稳定的奥氏体组织.

早在70年代, Miller[11]和Niikura等[12]就通过临界退火处理在高Mn钢中获得残余奥氏体. 由于高的Mn含量, 只需一步临界处理就能获得大量的残余奥氏体. 随着退火时间的延长, 逆转奥氏体中富集的Mn含量越高, 室温下得到的残余奥氏体也越多. 近年来, Luo等[13]和Shi等[14]提出了奥氏体逆转变(ART)的理论, 在0.2C-5Mn钢中利用临界退火处理后, 残余奥氏体的含量可高达40%. 配合超细晶的铁素体基体, 可以获得优异的强塑匹配. 对于低Ni钢来说, 由于一步临界处理过程中的Ni富集不足以使逆转奥氏体稳定至室温, 需要两步甚至多步的连续临界处理. 在这种多步的临界热处理过程中, 临界处理的温度是逐渐降低的, 因为前一步的元素富集会造成该区域相变点的降低[15]. 这种通过多步临界处理而得到的残余奥氏体合金含量高, 尺寸细小, 具有很高的稳定性. 这为低合金体系下残余奥氏体的获得提供了新的思路, 即通过连续的临界热处理使得合金元素在逆转奥氏体中多次富集, 稳定逆转奥氏体来获得残余奥氏体.

本工作以低C, Nb-Cu微合金化的低合金钢为研究对象, 采用多步临界处理, 研究了不同热处理过程中的组织和性能之间的关系. 结合金相、扫描电镜、电子背散射技术和透射电镜, 对组织进行表征, 着重揭示了残余奥氏体的纳米尺度析出相的变化规律. 同时结合力学性能变化, 探究了残余奥氏体以及析出相对性能的影响. 本研究旨在了解低合金钢在连续临界处理中的组织演变规律, 为高性能低合金钢的组织控制、性能优化等技术方案提供理论依据.



1 实验方法

实验用700 MPa级高强高塑钢的化学成分(质量分数, %)为: C 0.10, Mn 2.01, Si 0.78, Al 0.78, Nb 0.078, Cu 1.0, Ni 1.0, Mo 0.26, Fe余量. 为保证焊接性, 采用低C设计, Mn和Ni为奥氏体稳定化元素, Nb, Cu和Mo为析出强化元素, Si和Al防止渗碳体的形成, 保证更多的C原子能参与到稳定奥氏体及形成析出相的过程中. 采用50 kg的真空感应炉冶炼实验用钢, 随后轧制成8 mm厚的板材并空冷至室温. 沿平行于轧板方向取尺寸为10 mm×8 mm×90 mm的拉伸热处理试样, 经过热处理后加工成直径为5 mm (标距25 mm)的标准圆棒拉伸试样. 相变点利用膨胀法根据YB/T 5127-93测得, 加热速率为0.05 ℃/s.

热膨胀法测得实验钢在平衡态下, 铁素体转变为奥氏体的开始温度A_{c1}和铁素体全部转变为奥氏体的温度A_{c3}分别为660和928 ℃. 热处理工艺为: 将试样加热到两相区780 ℃等温30 min后空冷至室温, 然后再加热到两相区660 ℃等温30 min后空冷至室温, 之后再加热至500 ℃等温30 min后空冷至室温(图1). 热处理温度的选择见文献[15, 16]. 在本研究中, 经一步、二步和三步热处理后的样品分别记为试样A, B和C. 从拉断的试样两端未变形区切取试样, 研磨抛光后, 经LePera试剂浸蚀后, 在BX51M型光学显微镜(OM)下进行组织观察; 经3%的硝酸酒精侵蚀后在Ultra 55场发射扫描电镜(SEM)下观察显微组织. 电解抛光后进行电子背散射衍射(EBSD)分析, 电解抛光液为$HClO_4$∶$C_3H_8O_3$∶C_6H_2O=0.5∶1∶8.5 (体积比), 加速电压20 kV, 工作距离15 mm, 倾转角70°, 扫描步长0.08 μm. 利用D_{MAX}-RBX X射线衍射仪(XRD)测定了实验钢中的残余奥氏体, 采用五峰法测定残余奥氏体的含量, 计算参照GB8362-87. 从拉伸棒两端取0.4 mm厚的试样, 研磨至100 μm厚, 随后冲压为直径3 mm的圆片, 继续磨至50~60 μm厚度后在双喷仪上双喷减薄. 双喷液为5%的高氯酸酒精溶液, 温度为–20 ℃. 利用配有能谱仪(EDS)的JEM-2100 F透射电镜(TEM)进行组织和析出相的观察, 工作电压为200 kV.

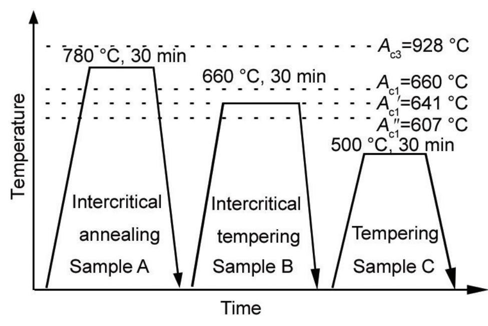


图1 实验钢热处理工艺示意图

Fig.1 Schematic of heat treatment of the experimental steel (A_{c1} and A_{c3} are transformation start and finish temperatures from bcc to fcc during the reheating process, respectively. A_{c1}' and A_{c1}'' are transformation start temperatures from bcc to fcc during the reheating process after the first- and second-step heat treatment, respectively)

2 实验结果

2.1 显微组织及力学性能

图2是通过热膨胀法测得的实验钢在不同热处理阶段的相变点. 热轧后, 平衡态下bcc相向fcc相转变的开始温度A_{c1}为660 ℃, 经第一步处理后降低至641 ℃, 而经过第二步回火后, A_{c1}继续降低至607 ℃. 由此可知, 在第二步660 ℃热处理时, bcc相向fcc相的逆转变反应能够进行. A_{c1}降低的原因是在临界区热处理过程中, 发生了合金元素的再分配, 合金元素在逆转奥氏体中的富集降低了该区域的相变温度. A_{c1}温度的降低不仅使得下一步的临界热处理能在较低的温度下进行, 而且能获得更加细小的析出相.

图3和4分别是实验钢经不同阶段热处理后的OM像和SEM像. 可见, 试样在热处理前, 主要为板条贝氏体/马氏体组织 (图3a和4a). 显微组织随着临界处理温度及步骤的改变不断变化, 780 ℃临界退火后, 主要由铁素体和贝氏体/马氏体的双相组织组成, 铁素体呈不规则的块状或条状分布在贝氏体/马氏体板条之间 (图3b和4b). 660 ℃临界回火后, 铁素体无明显变化, 但组织中贝氏体/马氏体含量减少, SEM像显示贝氏体/马氏体分解为细小的颗粒状组织, 弥散分布在铁素体晶粒周围 (图4c).

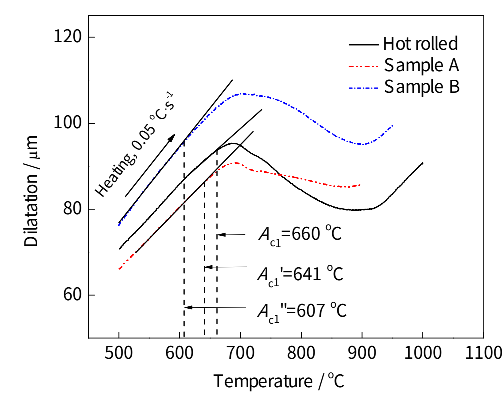


图2 膨胀法测得的实验钢在不同热处理阶段的相变点

Fig.2 Determination of critical point of experimental steel in different heat treatment process by dilatometric method

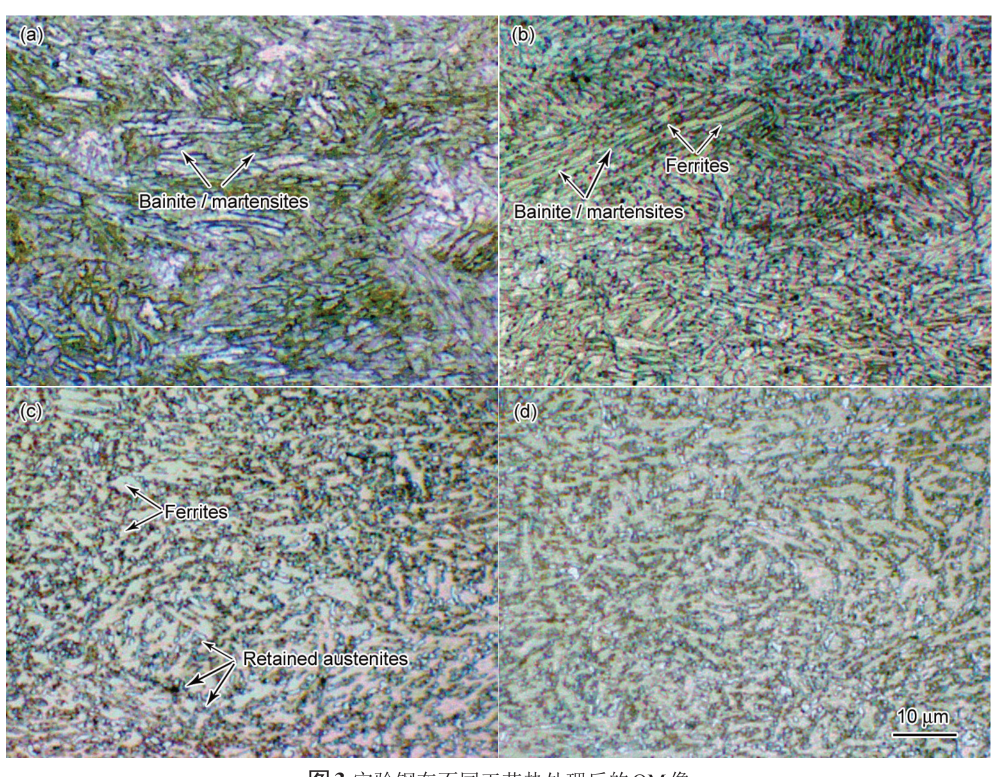


图 3 实验钢在不同工艺热处理后的OM像

Fig.3 OM images of experimental steels processed after different heat treatments with air cooling

(a) hot rolling (b) sample A (c) sample B (d) sample C

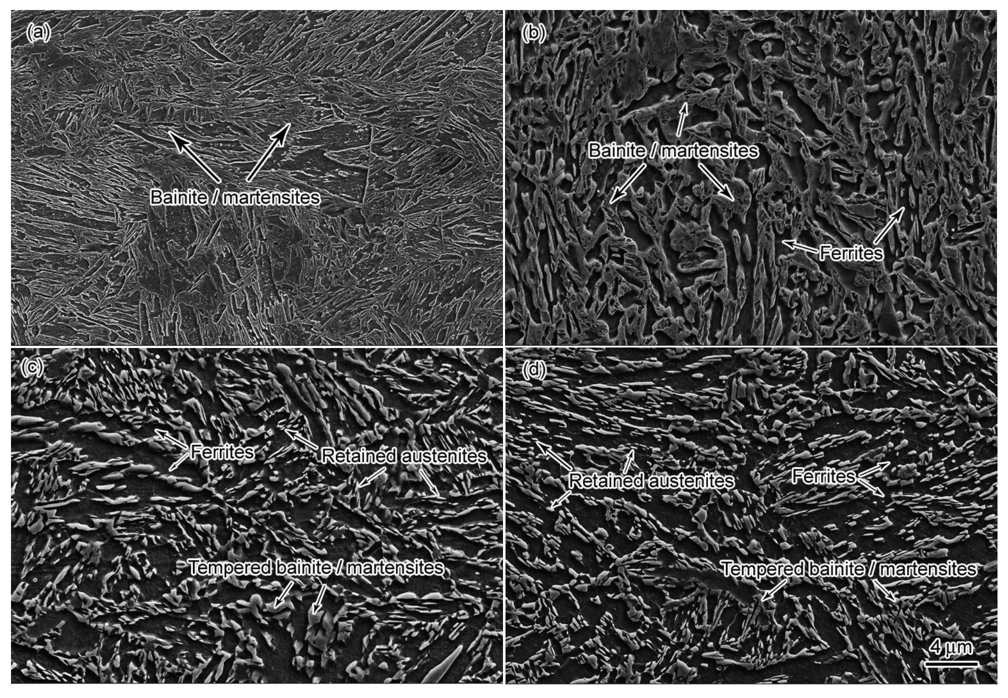


图 4 实验钢在不同工艺热处理后的SEM像

Fig.4 SEM images of experimental steels after different heat treatments with air cooling

(a) hot rolling (b) sample A (c) sample B (d) sample C

对比OM像 (图3c), 可知这些颗粒状的组织以残余奥氏体为主. 这说明, 在临界回火过程中, 贝氏体/马氏体经过逆转变形成了残余奥氏体. 残余奥氏体颗粒的平均直径在1 μm以下. 在500 ℃回火后, 组织无明显的变化, 仍以铁素体及残余奥氏体为主, 而贝氏体/马氏体经两次回火后, 含量明显降低 (图

3d和4d).

实验钢在不同热处理阶段的力学性能见表1. 在临界退火后, 实验钢的屈服强度为686 MPa, 抗拉强度高达1178 MPa, 但其延伸率较低, 均匀延伸率仅为6.3%, 断后延伸率为17%. 经第二步临界回火后, 屈服强度增加至707 MPa, 抗拉强度降低至845 MPa, 延伸率显著增加, 均匀延伸率和断后延伸率分别高于20%和30%, 强塑积接近30 GPa·%. 经第三步回火后, 屈服强度提高了17 MPa, 抗拉强度提高了78 MPa, 均匀延伸率和断后延伸率没有明显下降.

2.2 残余奥氏体

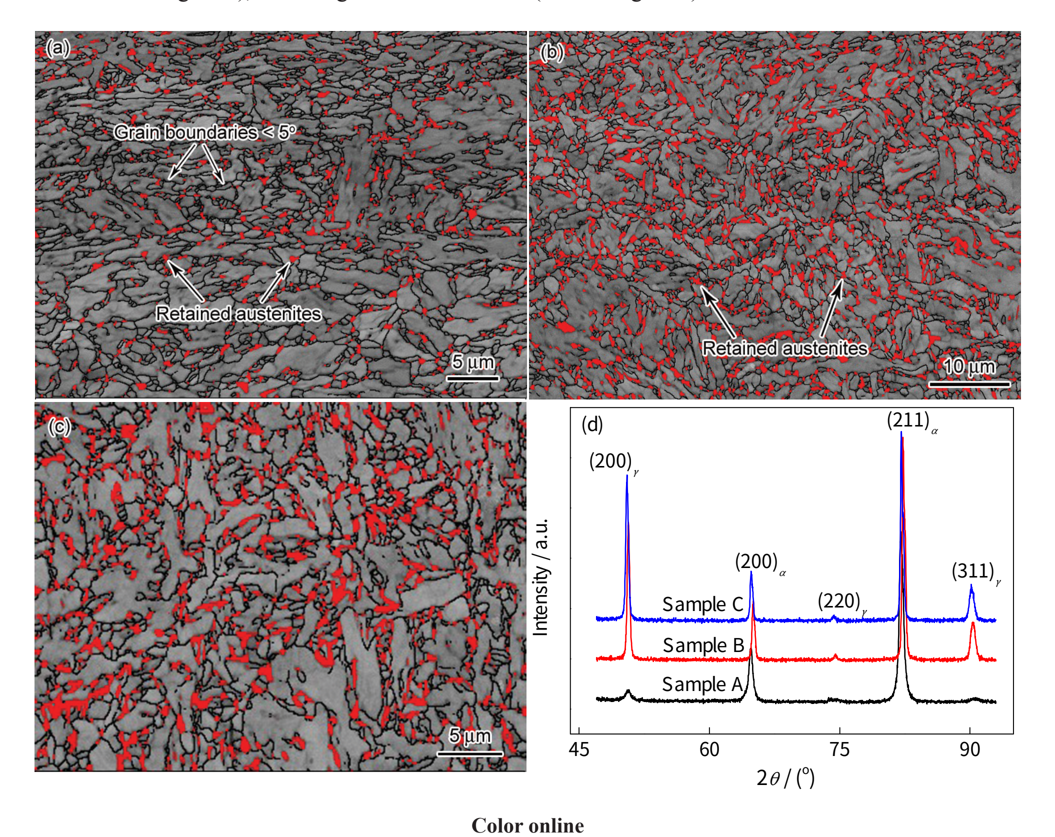
图5为EBSD表征的实验钢在各个热处理阶段的残余奥氏体分布及XRD谱. 图中黑线代表取向差小于10°的小角晶界, 红色区域代表残余奥氏体. 由图5a~c可见, 残余奥氏体主要分布在晶界处. 利用XRD谱进行计算, 结果表明, 临界退火后残余奥氏体含量较少, 仅约为5%; 经过第二步临界回火处理后, 残余奥氏体的含量高达29%; 而第三步回火后, 残余奥氏体含量并未减少. 这说明, 经两步临界处理获得的残余奥氏体具有较高的热稳定性. 从TEM图 (图6)可以看出, 残余奥氏体呈条状或粒状分布在铁素体晶粒的晶界或铁素体/贝氏体的相界面处. 在铁素体晶粒的内部并未观察到残余奥氏体. EDS分析表明, 残余奥氏体中的平均Mn和Ni含量比铁素体基体中高得多(图6a), 这与Xie等[17]的研究结果

表1 实验钢在不同热处理阶段后的力学性能

Table 1 Mechanical properties of experimental steels after different heat treatment steps

Sample	σ_s / MPa	σ_b / MPa	A_g / %	A / %
Hot rolling	663	1015	6.3	17
A	686	1178	6.3	17
B	707	845	22.8	35
C	724	923	20.8	31

Note: σ_s—yield strength, σ_b—tensile strength, A_g—elongation at maximum force (uniform elongation), A—elongation after fracture (total elongation)



Color online

图5 实验钢在不同热处理阶段残余奥氏体的EBSD像及XRD谱

Fig.5 EBSD images of retained austenite in sample A (a), sample B (b) and sample C (c), and corresponding XRD spectra (d)

一致. 由此可以推测, 合金元素在临界处理过程中由铁素体以及贝氏体/马氏体内部向邻近的奥氏体进行了扩散富集. 因此, 有必要研究临界处理过程中合金元素在不同相中的分配行为.

通过Thermal-Calc计算了实验钢780 ℃临界退火30 min后平衡状态下奥氏体和铁素体中的合金元素分配, 如表2所示. 在780 ℃的平衡状态下, 铁素体和奥氏体的体积分数分别为55.0%和45.0%. 奥氏体稳定化元素C, Mn, Ni和Cu在奥氏体中都有一定程度的富集. 该部分奥氏体转变为马氏体的开始温度 (M_s)为333 ℃. 这说明, 合金元素在该温度下的富集程度还不足以稳定奥氏体至室温. 在冷却过程中, 奥氏体转变为贝氏体/马氏体组织, 这与组织观察的结果一致. 由SEM观察可知, 在第二步临界处理过程中, 主要是贝氏体/马氏体组织发生了变化. 因此, 有必要研究该部分组织在660 ℃的相变行为. 表2同时给出了该合金成分的体系在660 ℃时的组织中的合金元素分配. 由Thermal-Calc计算可知, 在冷却过程中Cu的析出温度为680 ℃, 这说明在660 ℃等温时有Cu的析出相形成. 经过660 ℃逆转变后, 合金元素在新生成的奥氏体中进一步富集, 其中C含量为0.5%, Mn含量高达6.1%, Cu和Ni也有一定程度的富集. 该部分的M_s=120 ℃, 这说明在冷却过程中奥氏体仍然会转变为马氏体. 但实际在二步法处理后, 室温下获得的残余奥氏体含量高达29%. 这是因为除了化学成分外, 残余奥氏体的尺寸也是影响其稳定性的关键因素之一. Takaki等[18]研究表明, 残余奥氏体的尺寸越小, 其M_s越低, 稳定性越强. 当残余奥氏体的晶粒尺寸小于1 μm时, 马氏体在奥氏体内形核需要极大的化学驱动力, 因而可以有效阻止奥氏体向马氏体的转变. 由此可知, 残余奥氏体的稳定性是合金元素富集与晶粒尺寸共同作用的结果.

合金元素的扩散由温度和扩散时间共同决定.

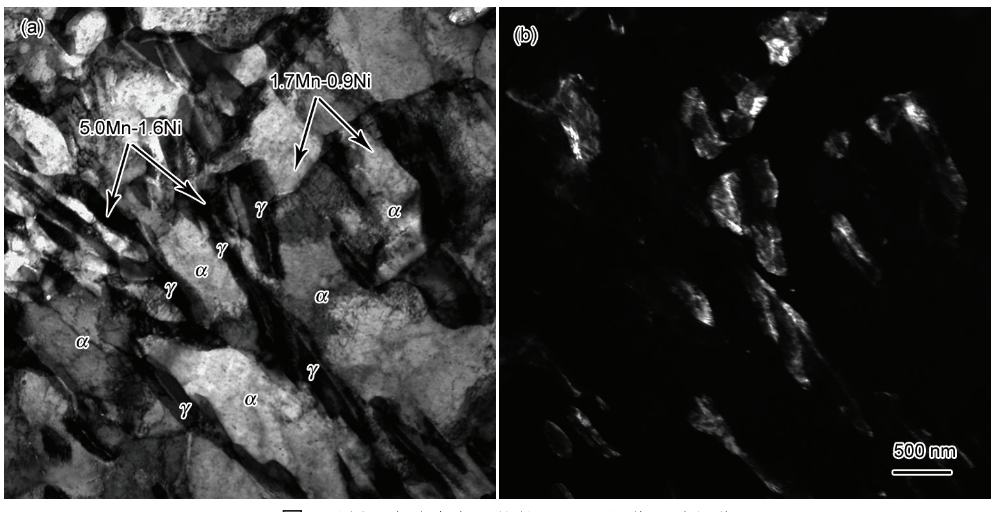


图6 试样B中残余奥氏体的TEM明场像和暗场像

Fig.6 Bright (a) and dark (b) field TEM images of sample B

表2 实验钢经780 ℃临界退火和660 ℃临界回火30 min后各相中的合金元素分配

Table 2 Distribution of alloying elements in different phases in experimental steel annealed at 780 ℃ and tempered at 660 ℃ for 30 min at equilibrium state

Temperature / ℃	Phase	Volum fraction / %	Mass fraction / %				M_s / ℃
			C	Mn	Ni	Cu	
780	Austenite	45.0	0.2	3.1	1.4	1.4	333
	Ferrite	55.0	-	1.2	0.7	0.6	-
660	Austenite	37.9	0.5	6.1	2.6	1.7	120
	Ferrite	61.5	-	1.2	0.7	0.4	-
	Cu	0.6	-	2.0	-	96.9	-

Note: M_s=499−324w_C−32.4w_{Mn}−27w_{Cr}−10.8w_{Si}−10.8w_{Mo}−10.8w_W (w_X is concentration of alloying element X in austenite). The calculation data of 660 ℃ is based on the C-Mn-Ni-Cu alloy system in austenite which is obtained at 780 ℃ and transforms to bainite/martensite during the cooling process

在二维空间中, 扩散距离由合金元素的扩散系数和扩散时间决定. 表3列出了C, Mn, Ni和Cu元素在不同温度下的扩散距离. 由计算结果可知, C在铁素体中的扩散系数和扩散距离比其他元素要高出几个数量级. 在660 ℃时, Mn, Ni和Cu的扩散距离分别为212, 95和120 nm. 而在500 ℃时, 除了C元素仍然有较高的扩散能力外, 其它元素的扩散可以忽略不计. 对比SEM像上铁素体及贝氏体/马氏体的晶粒尺寸可知, 合金元素的扩散主要发生在前两步的临界处理过程中. 通过两步法获得的残余奥氏体的C含量为0.5%, 这比传统的TRIP钢中残余奥氏体的C含量 (1.1%~1.7%)[19]要低得多. EDS测得残余奥氏体中Mn含量高达5.0%, Ni含量达到1.6%. 这说明, 两步法获得的残余奥氏体主要通过Mn和Ni的富集来稳定.

在TRIP或Q&P钢中, C原子在等温淬火或配分过程中从贝氏体或马氏体板条中向邻近的奥氏体中富集, 从而获得室温下稳定的残余奥氏体. 该种奥氏体在中低温等温阶段形成, 并具有高的C含量. 在高温回火阶段, 会分解为渗碳体和铁素体[20]. 但是随着残余奥氏体的Mn和Ni含量的增加, 其回火稳定性会增加. 在多步临界热处理过程中, 残余奥氏体主要通过Mn和Ni等合金元素在逆转奥氏体中的富集来提高其稳定性, 其含C量很低, 这就大大降低了回火过程中渗碳体形成的化学驱动力. 同时, 实验钢中高的Si和Al含量能有效抑制渗碳体的形成. 因此, 在回火后, 组织中并未观察到渗碳体组织, 而且残余奥氏体仍能保持较高的含量.

2.3 纳米析出相

通过在钢中添加微合金元素形成析出相是提高钢材强度的惯用手段. Nb和Cu作为常用的析出相形成元素, 它们的平衡态析出开始温度分别为1200和680 ℃ (Thermal-Calc计算). 这说明, 在热轧过程中Nb就开始析出, 而Cu析出相则需在较低温度下才能形成. 为了研究不同热处理阶段Nb和Cu的析出行为, 对碳复型及薄膜试样进行了TEM观察, 并对析出相的尺寸进行了统计. 图7给出了实验钢在热轧、临界退火及临界回火后的碳复型析出物的TEM像. 由图可见, 热轧后, 观察到2种不同尺寸的析出相: 一种尺寸在20 nm以上, 呈不规则形状, 这种析出相是在较高的温度下形成的, 其对强度的贡献不大; 另一种尺寸在4~14 nm之间, 呈球状分布在基体中(图7a), 这类析出相则是在轧制过程或冷却过程中形成的. 析出相的平均尺寸为10.9 nm (图7b), EDS结果表明该类析出相为NbC. 临界退火后, 大多数新形成的NbC的尺寸集中在 7~15 nm之间, 呈球状弥散分布在基体中(图7c和d). 临界回火后, NbC的平均尺寸减小到6.0 nm左右, 这是因为大量的细小的析出相 (3~8 nm)在该阶段形成 (图7e和f). 临界回火后, 除了细小的NbC析出相外, 在铁素体基体中还观察到大量的Cu析出物(图8a). Cu析出物颗粒的尺寸分布在10~30 nm之间(图8b), 呈球状或椭球状分布在铁素体中. 考虑到Nb析出相的影响, 在统计Cu析出相尺寸的时候忽略10 nm以下的颗粒. 以上结果表明, Nb在热轧过程中就开始析出, 并在临界退火和回火过程中继续析出, 随着温度的降低, 其析出相尺寸减小. Cu在临界回火过程中开始析出, 析出颗粒尺寸较大.

在第三步回火处理后, 残余奥氏体中出现大量析出颗粒(图8c~e). EDS分析表明为Cu析出相(图8f). 析出相尺寸在10~20 nm之间. 相邻铁素体中也观察到Cu析出相, 但密度较奥氏体中小得多. Cu析出相在铁素体中的分布也不均匀, 在与残余奥氏体邻近的铁素体中Cu析出相密度较高, 而在远离奥氏体的大尺寸铁素体中, 析出相的密度较低(图8c), 这也说明在前两步热处理过程中Cu元素发生了再分配, 即从铁素体中通过扩散向奥氏体中富集. 一般而言, 由于Cu在奥氏体中具有较大的溶解度, 其在奥氏体中很难析出. Chi等[21]对含Cu奥氏体不锈钢的研究表明, Cu在奥氏体中的析出顺序为先经过扩散过程在奥氏体的局部区域形成富Cu区, 然后再经过时效过程逐渐析出. 这要求在奥氏体中形成Cu析

表3 奥氏体稳定化元素在不同温度下的扩散距离

Table 3 Diffusion distances of austenite stabilizers elements at different temperatures (2D space)

Temperature	Diffusion coefficient / ($cm^2\cdot s^{-1}$)				Diffusion distance / nm			
℃	C	Mn	Ni	Cu	C	Mn	Ni	Cu
780	6.5×10^{-7}	3.9×10^{-12}	3.1×10^{-12}	2.6×10^{-12}	4.8×10^{5}	1185	1050	970
660	1.9×10^{-7}	12.5×10^{-14}	2.5×10^{-14}	4.0×10^{-14}	2.6×10^{5}	212	95	120
500	2.1×10^{-8}	2.5×10^{-16}	3.6×10^{-17}	2.0×10^{-17}	8.8×10^{4}	10	4	3

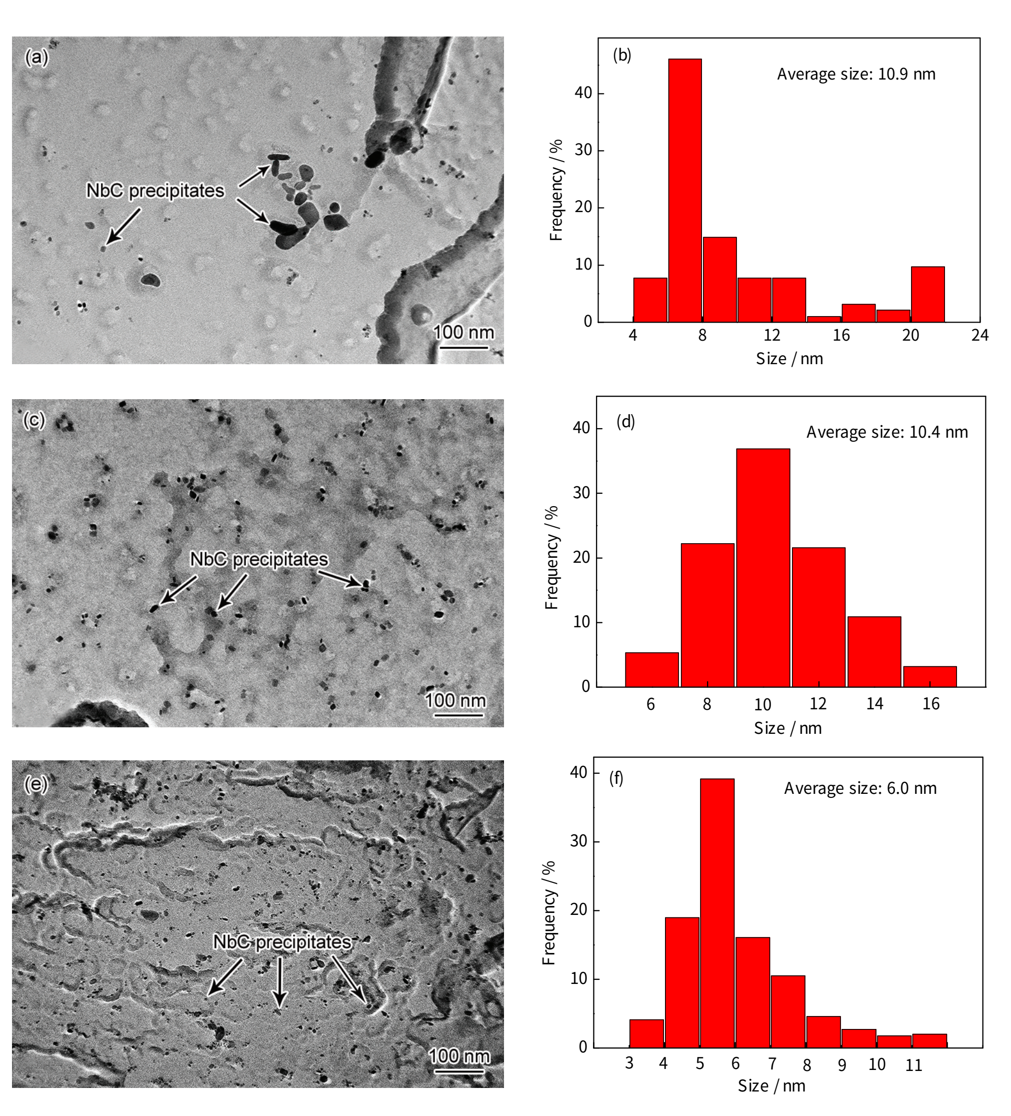


图 7 碳复型观察到的不同热处理阶段Nb的析出相TEM像及尺寸统计

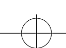
Fig.7 TEM images (a, c, e) and statistical size analysis (b, d, f) of carbon replica extraction indicating the distribution of Nb-containing precipitates in hot-rolled sample (a, b), sample A (c, d) and sample B (e, f)

出物不仅需要较高的Cu含量(质量分数>2%), 而且需要较长的等温时间(>5 h). 本实验中, 临界退火和临界回火过程中, Cu在逆转奥氏体中的富集为形成富Cu区做好了准备; 且在500 ℃时Cu的析出较活跃, 所以在第三步回火处理后, Cu在奥氏体中析出.

3 分析讨论

在临界处理过程中, 合金元素在逆转奥氏体中的富集, 一方面提高了奥氏体的稳定性, 另一方面也降低了平衡态下bcc相向fcc相转变开始温度A_{c1}, 如图2所示. A_{c1}的降低使得下一步的临界处理能在较低温度下进行, 而且有利于形成低温下尺寸更小的析出相, 从而保证了在临界回火后, 能同时获得大量的残余奥氏体及Nb和Cu的析出相. 二步热处理后, 铁素体含量约为50%[16], 这与传统的C-Mn-Si TRIP钢的比例相当[22], 但强度和塑性均高于传统TRIP钢(屈服强度400~600 MPa, 总延伸率20%~30%)[23].

这与实验钢超细的组织、稳定的残余奥氏体以及纳米尺度析出相的作用有关. 与TRIP钢中大块的多边形铁素体不同, 在临界区获得的铁素体呈细小的板条状或块状, 分布于贝氏体/马氏体板条之间, 内部保留有大量的位错. 这种超细的铁素体组织也在Q&P钢和奥氏体逆转变处理(ART)工艺处理的中锰钢中出现, 被认为是导致材料高的屈服强度的因素之一. 回火过程中形成的纳米析出相弥散分布于铁素体中, 极大地强化了铁素体基体. Funakawa等[24]和Yen等[25]的研究表明, 当铁素体中的析出相尺度在5 nm以下时, 析出相对屈服强度的贡献达到300 MPa以上. 因此, 虽然铁素体含量较高, 实验钢仍然具有很高的屈服强度.



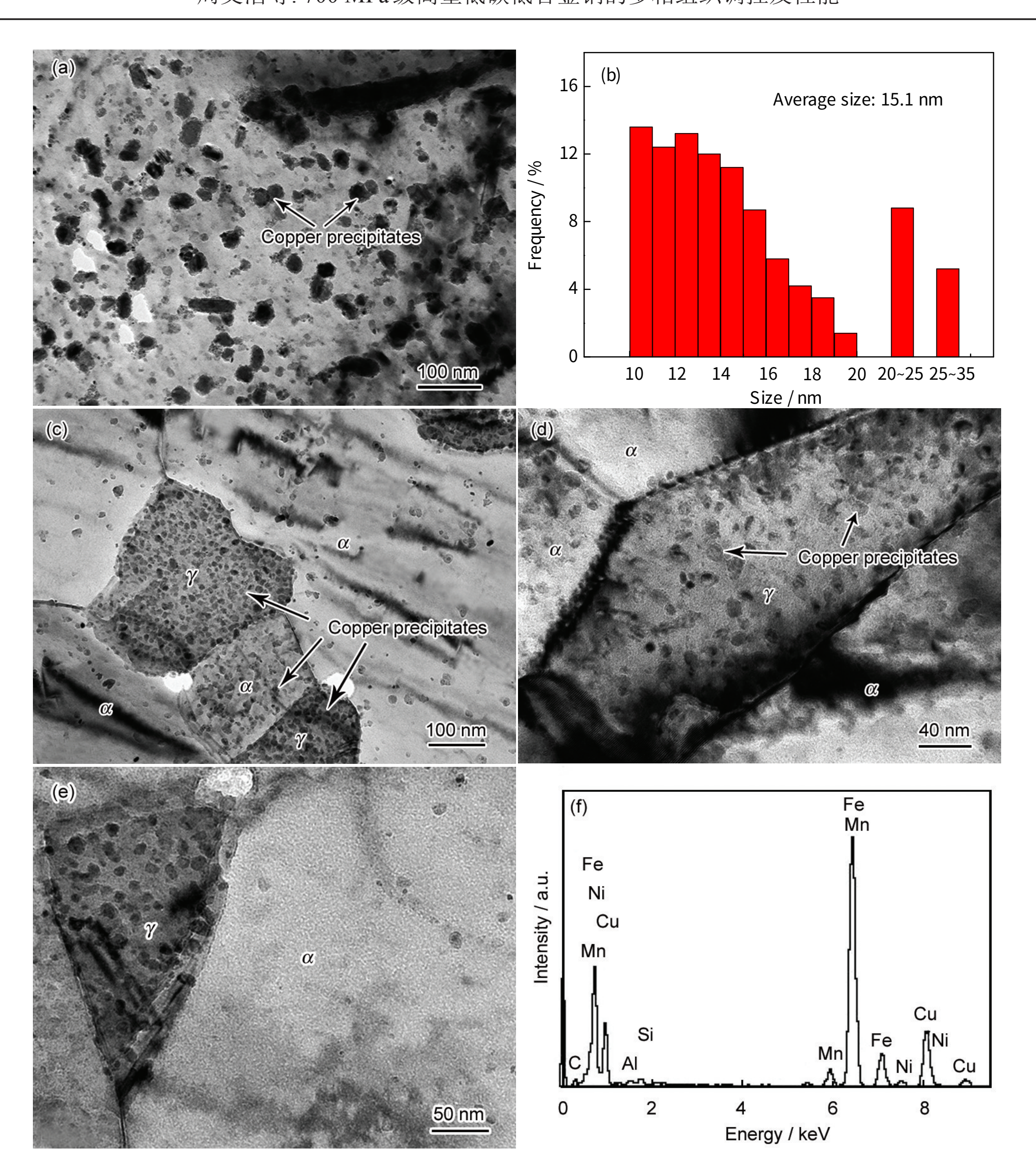


图 8 两步和三步热处理后铁素体中的Cu析出物的TEM像、尺寸统计和EDS

Fig.8 TEM image (a) and statistical size analysis (b) of copper-containing precipitates in sample B, TEM images (c~e) and EDS (f) of Cu-containing precipitates in sample C

在第三步回火处理后, Cu继续在铁素体和奥氏体中析出, 但由于Cu析出物颗粒尺寸较大, 对屈服强度的贡献不高, 相较第二步临界回火, 屈服强度提高了 17 MPa, 但抗拉强度却大幅度提高. 这与Cu在残余奥氏体里的析出有关. 一方面, 奥氏体中的合金元素的富集及析出相提高了奥氏体的强度[26], 增加了组织中硬相的比例; 另一方面, 残余奥氏体在变形过程中会吸收周围组织中的位错, 导致奥氏体内部位错密度增加[27], Cu析出相与位错的相互作用, 在一定程度上也强化了奥氏体并提高其稳定性. 另外, 在变形过程中奥氏体转变为马氏体后, Cu析出物也起到了强化马氏体的作用. 通过回火处理后, 实验钢的加工硬化率得到显著提高[28], 保证了在高的屈服强度前提下, 材料具有高的抗拉强度.

4 结论

(1) 临界区的热处理会引起合金元素在逆转奥氏体中的富集, 从而降低逆转组织的相变点, 使得下一次的逆转变能在较低温度下进行. 连续的临界区处理能使这种逆转变反复地进行, 通过合金元素在逆转奥氏体中的多次富集来提高其稳定性, 从而获得室温下稳定的残余奥氏体. 同时, 临界处理温度的逐渐降低减小了析出相的尺寸并促进了低温析出相的形成, 能够在同一步处理中同时获得残余奥氏体及析出相, 有效地将析出强化及残余奥氏体的TRIP效应结合起来. 通过多相组织、TRIP效应及析出强化作用, 低碳低合金实验钢具有优异的力学性能: 屈服强度高于700 MPa, 抗拉强度高于900 MPa, 均匀延

伸率及总延伸率分别高于20%和30%.

(2) 通过临界退火、临界回火及回火连续三步的热处理后, 获得以板条状铁素体为基体, 由板条贝氏体/马氏体及残余奥氏体组成的多相组织. 残余奥氏体平均尺寸小于1 μm, 分布在铁素体/贝氏体(马氏体)相界和贝氏体/马氏体板条边界. 残余奥氏体主要在临界回火过程中形成, 主要由C, Mn, Ni和Cu在逆转奥氏体中的富集来稳定, 其含量高达29%. 高的合金元素含量及细小的尺寸使残余奥氏体具有较高的稳定性. 在第三步回火过程中, 残余奥氏体保持稳定, 含量不变.

(3) 组织中主要存在NbC和Cu两种析出相. 前者在三步热处理过程中均有析出, 其尺寸随着温度的降低逐渐减小, 弥散分布在铁素体和贝氏体/马氏体中. 后者在临界回火过程中部分析出于铁素体中, 在回火过程中则主要在铁素体和残余奥氏体中析出. NbC析出阻止了高温退火及回火过程中的强度损失, 保证了基体组织的高强度. 除了析出强化作用, Cu在残余奥氏体中的析出一定程度上提高了残余奥氏体的稳定性, 进而提高了加工硬化率和抗拉强度.

参考文献

[1] Dong H, Wang M Q, Weng Y Q. *Iron Steel*, 2010; 45(7): 3
(董 瀚, 王毛球, 翁宇庆. 钢铁, 2010; 45(7): 3)

[2] Liu L, Yang Z G, Zhang C, Liu W B. *Mater Sci Eng*, 2010; A527: 7205

[3] Yoo J D, Hwang S W, Park K T. *Mater Sci Eng*, 2009; A508: 234

[4] Misra R D K, Challa V S A, Venkatsurya P K C, Shen Y F, Somani M C, Karjalainen L P. *Acta Mater*, 2015; 84: 339

[5] Lee T, Koyama M, Tsuzaki K, Lee Y H, Lee C S. *Mater Lett*, 2012; 75: 169

[6] Sugimoto K I, Mobayashi M, Hashimoto S I. *Metall Mater Trans*, 1992; 23A: 3085

[7] Sugimoto K I, Tsunezawa M, Hojo T, Ikeda S. *ISIJ Int*, 2004; 44: 1608

[8] Speer J G, Matlock D K, De Cooman B C, Schroth J G. *Acta Mater*, 2003; 51: 2611

[9] Misra R D K, Zheng H, Wu K M, Karjalainen L P. *Mater Sci Eng*, 2013; A579: 188

[10] Kang J, Zhou X G, Wang G D. *Steel Rolling*, 2009; 26(3): 34
(康 健, 周晓光, 王国栋. 轧钢, 2009; 26(3): 34)

[11] Miller R L. *Metall Trans*, 1972; 3: 905

[12] Niikura M, Morris J W. *Metall Trans*, 1980; 11: 1531

[13] Luo H W, Shi J, Wang C, Cao W Q, Sun X J, Dong H. *Acta Mater*, 2011; 59: 4002

[14] Shi J, Sun X J, Wang M Q, Hui W J, Dong H, Cao W Q. *Scr Mater*, 2010; 63: 815

[15] Zhou W H, Guo H, Xie Z J, Wang X M, Shang C J. *Mater Sci Eng*, 2013; A587: 366

[16] Zhou W H, Wang X L, Venkatsurya P K C, Guo H, Shang C J, Misra R D K. *Mater Sci Eng*, 2014; A607: 569

[17] Xie Z J, Yuan S F, Zhou W H, Yang J R, Guo H, Shang C J. *Mater Des*, 2014; 59: 195

[18] Takaki S, Fukunaga K, Syarif J, Tsuchiyama T. *Metall Trans*, 2004; 45: 2251

[19] Sakuma Y, Matsumura O, Takechi H. *Metall Trans*, 1991; 22A: 489

[20] Thomas G. *Metall Trans*, 1978; 9A: 447

[21] Chi C Y, Dong J X, Liu W Q, Xie X S. *Acta Metall Sin*, 2010; 46: 1145
(迟成宇, 董建新, 刘文庆, 谢锡善. 金属学报, 2010; 46: 1145)

[22] Ray A, Dhua S K. *Mater Charact*, 1996; 37: 1

[23] Zhang Y H, Zhao H J, Kang Y L. *Hot Working Tech*, 2006; 35(6): 62
(张迎晖, 赵鸿金, 康永林. 热加工工艺, 2006; 35(6): 62)

[24] Funakawa Y, Shiozaki T, Tomita K, Yamamoto T, Maeda E. *ISIJ Int*, 2004; 44: 1945

[25] Yen H Y, Chen P Y, Huang C Y, Yang J R. *Acta Mater*, 2011; 59: 6264

[26] He B B, Huang M X, Liang Z Y, Ngan A H W, Luo H W, Shi J, Cao W Q, Dong H. *Scr Mater*, 2013; 69: 216

[27] Zhang K, Zhang M H, Guo Z H, Chen N L, Rong Y H. *Mater Sci Eng*, 2011; 528A: 8486

[28] Zhou W H, Guo H, Xie Z J, Shang C J. *Mater Des*, 2014; 59: 195

(责任编辑:毕淑娟)

